

HPLC-RID 测定布洛芬口服溶液中甘油含量

黎艳刚^{1*}, 骆利平², 杨武亮², 郭丽蓉¹, 程飞¹, 王真¹

(1. 云南白药集团股份有限公司云南白药研究院, 昆明 650500;

2. 江西中医学院现代中药制剂教育部重点实验室, 南昌 330004)

[摘要] 目的: 建立高效液相色谱-示差折光检测法(HPLC-RID)测定布洛芬口服液中甘油含量的方法。方法: Waters Spherisorb NH₂ 氨基柱(4.6 mm × 250 mm, 5.0 μm), 流动相乙腈-水(85:15), 流速 1 mL·min⁻¹, 柱温 30 °C, RID 温度 35 °C。结果: 甘油能被有效分离, 线性范围 0.881 2 ~ 88.12 μg, 检测限和定量限分别为 11.05, 110.05 ng, 加样回收率 102.8% (RSD 1.4%)。结论: 该方法灵敏、简便、重复性好, 为布洛芬口服溶液的质量控制提供参考。

[关键词] 布洛芬口服液; 甘油; 高效液相色谱-示差折光

[中图分类号] R283.6, R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)12-0061-03

[doi] 10.11653/syfyj2013120061

Determination of Glycerin in Ibuprofen Oral Solution by HPLC-RID

LI Yan-gang^{1*}, LUO Li-ping², YANG Wu-liang², GUO Li-rong¹, CHENG Fei¹, WANG Zhen¹

(1. Academe of Yunnan Baiyao, Yunnan Baiyao Group Co. Ltd, Kunming 650500, China;

2. Key Laboratory of Modern Preparation of Traditional Chinese Medicine (TCM), Ministry of Education, Jiangxi University of TCM, Nanchang 330004, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a HPLC-RID method for determination of glycerin in ibuprofen oral solution. **Method:** Waters Spherisorb NH₂ column (4.6 mm × 250 mm, 5.0 μm) was adopted with the mobile phase of acetonitrile-water (85:15), column temperature 30 °C, the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹ and RID temperature was 35 °C. **Result:** This established method had good linear relationship within the range of 0.881 2-88.12 μg ($r=0.999\ 9$) for glycerin. The detection and quantitation limits were 11.05, 110.05 ng respectively, the average recovery ($n=5$) was 102.8% (RSD 1.4%). **Conclusion:** This method was convenient, accurate and reliable, which could provide a reference for quality control of ibuprofen oral solution.

[Key words] ibuprofen oral solution; glycerin; HPLC-refractive index

甘油在药物制剂中常作为润滑剂、湿润剂、增塑剂、甜味剂及某些药物的溶剂, 与水、乙醇等合用可增加药物的稳定性。但也可能带来腹泻等不良反应, 因此其用量应严格控制在规定范围内。目前甘油的含量测定方法较多, 包括高碘酸氧化-滴定碘法^[1-2]、HPLC 法^[3-5]、快速酶法^[6]、分光光度法^[7]、比色法^[8-9]、折光法^[10]等。由于药物制剂中辅料较多、

干扰大、不易分离等原因, 滴定法、比色法等专属性不强, 结果不准确, 色谱法相对准确度更高。本实验采用 HPLC-RID 测定布洛芬口服液中甘油含量, 以建立简便、重复性好、灵敏度高的测定方法, 为药物制剂中甘油的含量控制提供参考。

1 材料

Agilent 1260 型高效液相色谱仪(美国 Agilent), G1362A 型示差折光检测器(美国 Agilent), AL 104 型 1/万电子天平(德国 Sartorius)。乙腈为色谱纯, 水为超纯水, 布洛芬口服溶液(神威药业有限公司, 批号 1111201), 甘油对照品(南昌白云制药有限公司, 批号 20120904, 纯度 99.2%), 试

[收稿日期] 20130114(027)

[通讯作者] * 黎艳刚, 硕士, 助理工程师, 从事药物分析研究,
Tel: 0871-65934569, E-mail: jesseliyangang@163.com

剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Waters Spherisorb NH₂ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5.0 μm), 流动相乙腈-水(85:15), 流速 1 mL·min⁻¹, 柱温 30 ℃, 示差折光检测器温度 35 ℃, 进样量 10 μL。

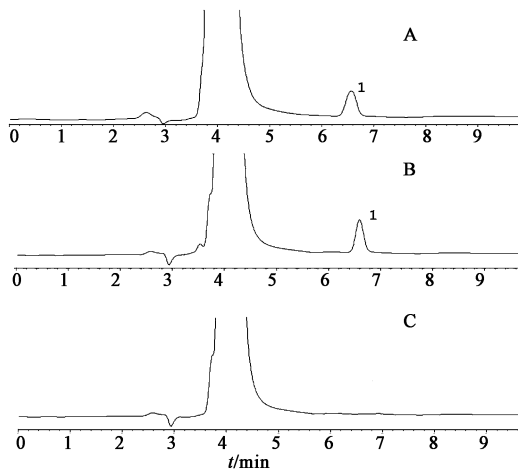
2.2 溶液的配制

2.2.1 对照品溶液 精密称取减压干燥至恒重的甘油对照品 2.203 g 至 25 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.2.2 供试品溶液 取布洛芬口服溶液约 0.5 g, 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.2.3 阴性对照溶液 按布洛芬口服溶液的处方, 制备不含甘油的样品, 按 2.2.2 项下方法制备阴性对照溶液。

2.3 专属性试验 精密取对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液各 10 μL, 按 2.1 项下色谱条件进行测定。结果见图 1, 表明该方法能达到基线分离, 其他辅料对甘油的含量测定无干扰。



A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性对照溶液; 1. 甘油

图 1 布洛芬口服溶液 HPLC-RID

2.4 线性范围考察 分别精密量取甘油对照品溶液 0.1, 0.2, 0.5, 1.25, 2.5, 5, 10 mL 至 100 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 得系列质量浓度的对照品溶液, 各吸取 10 μL 进样, 以对照品质量为横坐标, 峰面积积分为纵坐标, 得回归方程 $Y = 8454.264X - 1444.868$ ($r = 0.9999$), 表明甘油进样量在 0.8812 ~ 88.12 μg 呈良好线性关系。

2.5 精密度 精密吸取同一甘油对照品溶液 10 μL, 于 1 d 内重复进样 6 次, 测得日内甘油峰面积的 RSD 0.9%。精密吸取同一甘油对照品溶液 10 μL

测定 6 d, 每天重复进样 3 次, 结果日间甘油峰面积的 RSD 0.8%。

2.6 重复性试验 精密称取布洛芬口服溶液 6 份, 按 2.2.2 项下方法制备供试品溶液, 测得甘油峰面积的 RSD 1.6%, 表明该方法重复性良好。

2.7 检测限与定量限 精密量取对照品储备液, 逐步稀释, 按上述色谱条件测定, 在信噪比为 3 时, 测得甘油的检测限 11.015 ng; 在信噪比为 10 时, 测得甘油的定量限 110.15 ng。

2.8 稳定性试验 取布洛芬口服溶液约 0.5 g, 精密称定, 按 2.2.2 项下方法制备供试液, 每隔 2 h 精密吸取 10 μL 进样, 测得甘油峰面积的 RSD 1.12%, 表明供试品溶液在室温下放置 12 h 内稳定。

2.9 加样回收率试验 取已知甘油含量的布洛芬口服溶液约 0.25 g, 共 6 份, 精密称定, 各加入甘油对照品溶液(66.09 g·L⁻¹)0.5 mL, 按 2.2.2 项下方法制备供试品溶液, 结果甘油平均回收率 102.80%, RSD 1.40%, 说明该方法稳定可靠。

2.10 样品测定 取 3 批布洛芬口服溶液样品, 按 2.2.2 项下方法配制供试液, 分别精密吸取供试品溶液各 10 μL 进样, 测得甘油含量分别为 12.5%, 12.0%, 11.5%。

3 讨论

曾考察甘油铜比色法^[9]测定布洛芬口服液中甘油含量, 发现其结果的准确度不高、测定误差较大、线性较差、灵敏度低, 可能口服液中还有其他成分与铜离子会形成络合物。采用 HPLC-RID 不仅准确度高、灵敏度好, 还能排除其他物质的干扰。

实验考察以水和流动相为溶剂配制对照品和供试品溶液, 结果显示甘油在水中能充分混匀, 测定结果准确度高; 而采用流动相为溶剂, 甘油与乙腈会产生分层, 含量测定结果相差较大, 因此采用水为溶剂。

【参考文献】

- [1] 曹锦芳. 保湿霜中的甘油含量测定[J]. 精细化工原料及中间体, 2004, 3(12): 6.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 二部[S]. 北京: 化学工业出版社, 2010: 1189.
- [3] 何世伟, 吕丽丽, 庞喜娥, 等. 高效液相色谱法快速测定低浓度甜水中的甘油含量[J]. 日用化学工业, 2006, 36(3): 191.
- [4] 李蓉, 梁楠, 李曙光, 等. HPLC-ELSD 法测定生物柴油中游离甘油含量[J]. 分析实验室, 2012, 31(7): 36.

墨旱莲多糖的酶法提取工艺优选

杨春静¹, 张杰², 张华锋², 刘炯², 杨云^{2*}, 杨璐³

(1. 河南中医学院第三附属医院, 郑州 450008; 2. 河南中医学院药学院, 郑州 450046;
3. 中国医科大学药学院, 南京 211198)

[摘要] 目的: 优选酶法提取墨旱莲多糖的工艺条件。方法: 采用苯酚-硫酸法测定多糖含量, 以多糖提取率和蛋白质含量的综合评分为指标, 采用单因素试验筛选酶的种类。以多糖总提取率为指标, 在单因素试验基础上, 采用正交试验考察酶用量、酶解温度、酶解时间、pH 对墨旱莲多糖提取工艺的影响。结果: 选用纤维素酶, 最佳提取工艺条件为 pH 5.0, 纤维素酶用量 3%, 酶解时间 3 h, 酶解温度 50 ℃。结论: 酶解水提法可显著提高墨旱莲多糖的提取率。

[关键词] 墨旱莲多糖; 酶法; 正交试验; 提取工艺

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)12-0063-03

[doi] 10.11653/syfy2013120063

Optimization of Enzymatic Extraction Technology of Polysaccharides from *Eclipta prostrata*

YANG Chun-jing¹, ZHANG Jie², ZHANG Hua-feng², LIU Jiong², YANG Yun^{2*}, YANG Lu³

(1. Third Affiliated Hospital of Henan University of Traditional Chinese
Medicine (TCM), Zhengzhou 450008, China;

2. College of Pharmacy, Henan University of TCM, Zhengzhou 450046, China;

3. School of Pharmacy, China Pharmaceutical University, Nanjing 211198, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize enzymatic extraction technology conditions of polysaccharides from *Eclipta prostrata*. **Method:** Composite score of yield of polysaccharides and the content of protein as index, type of enzyme was screened by single factor test. With total yield of polysaccharides as index, based on single factor tests, effect of the amount of enzyme, pH, hydrolysis time and temperature on extraction technology of polysaccharides was investigated by orthogonal test. **Result:** Cellulose enzyme was adopted, optimum extraction technology was as following: pH 5.0, the amount of cellulose enzyme 3%, hydrolysis time 3 hours and

[收稿日期] 20121224(012)

[基金项目] 2010 河南省郑州市科技攻关项目(10PTGS486-1)

[第一作者] 杨春静, 副主任医师, 从事临床药学研究, Tel:13526505961, E-mail: Ycj5961@163.com

[通讯作者] * 杨云, 硕士生导师, 教授, 从事中药活性成分研究, Tel:0371-5680605, E-mail: yyun@china.com.cn

[5] 陈菁, 陈建华, 周怡雯, 等. 高效液相色谱法检测发酵液中二羟基丙酮和甘油的含量[J]. 中国生化药物杂志, 2007, 28(3): 170.

[6] 陈均, 杨通汉, 王云华, 等. 冰冻红细胞解冻后残留甘油含量的测定方法初探[J]. 中国输血杂志, 2004, 17(2): 97.

[7] 徐秀丽, 成立军, 刘伦, 等. 分光光度法测定甘油剂中甘油的含量[J]. 泰山医学院学报, 2002, 23(3): 247.

[8] 张永生, 高辉, 王艳萍. 克拉维酸发酵液中碳源——甘油含量的比色法测定[J]. 天津科技大学学报, 2006, 21(1): 15.

[9] 阎杰, 丘泰球. 甘油铜比色法测定甘油含量的研究[J]. 中国油脂, 2004, 29(1): 40.

[10] 王鲁石, 杜华, 唐辉. 折光法快速测定甘油护肤水中甘油的含量[J]. 农垦医学, 2003, 25(2): 93.

[责任编辑 全燕]